

## МЕТАЛЛЫ ПЛАТИНОВОЙ ГРУППЫ В ПРОДУКТАХ ПЕРЕРАБОТКИ ПРОМЫШЛЕННЫХ КАТАЛИЗАТОРОВ: ОСОБЕННОСТИ МОРФОЛОГИИ И СОСТАВА ПО ДАННЫМ СКАНИРУЮЩЕЙ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ И ЭНЕРГОДИСПЕРСИОННОГО МИКРОАНАЛИЗА

Чебыкин Н.С.<sup>1</sup>, Сандалов И.П.<sup>2</sup>, Замятин Д.А.<sup>1</sup>, Вотяков С.Л.<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Институт геологии и геохимии им. акад. А.Н. Заварицкого УрО РАН, г. Екатеринбург, [tchebikinnikolai@yandex.ru](mailto:tchebikinnikolai@yandex.ru),

<sup>2</sup>Plaurum АО «Екатеринбургский завод по обработке цветных металлов», г. Верхняя Пышма

Высокая стоимость металлов платиновой группы (МПГ) определяет экономическую обоснованность их переработки из катализаторов, используемых в автомобильной, нефтяной и химической промышленности. Для их извлечения в АО «Екатеринбургский завод по обработке цветных металлов» внедрена технология плавки на железный коллектор [Масленицкий, 1987] с использованием плазменной печи Tetronics с

последующей переработкой коллектора в кислотах. Продукт переработки представляет собой платиновый концентрат, количественный микроанализ состава которого с использованием электронно-зондового микроанализатора затруднен вследствие сложной поверхности фрагментов и значительного перекрытия характеристических рентгеноэмиссионных (РЭ) линий МПГ. Для оптимизации технологии и

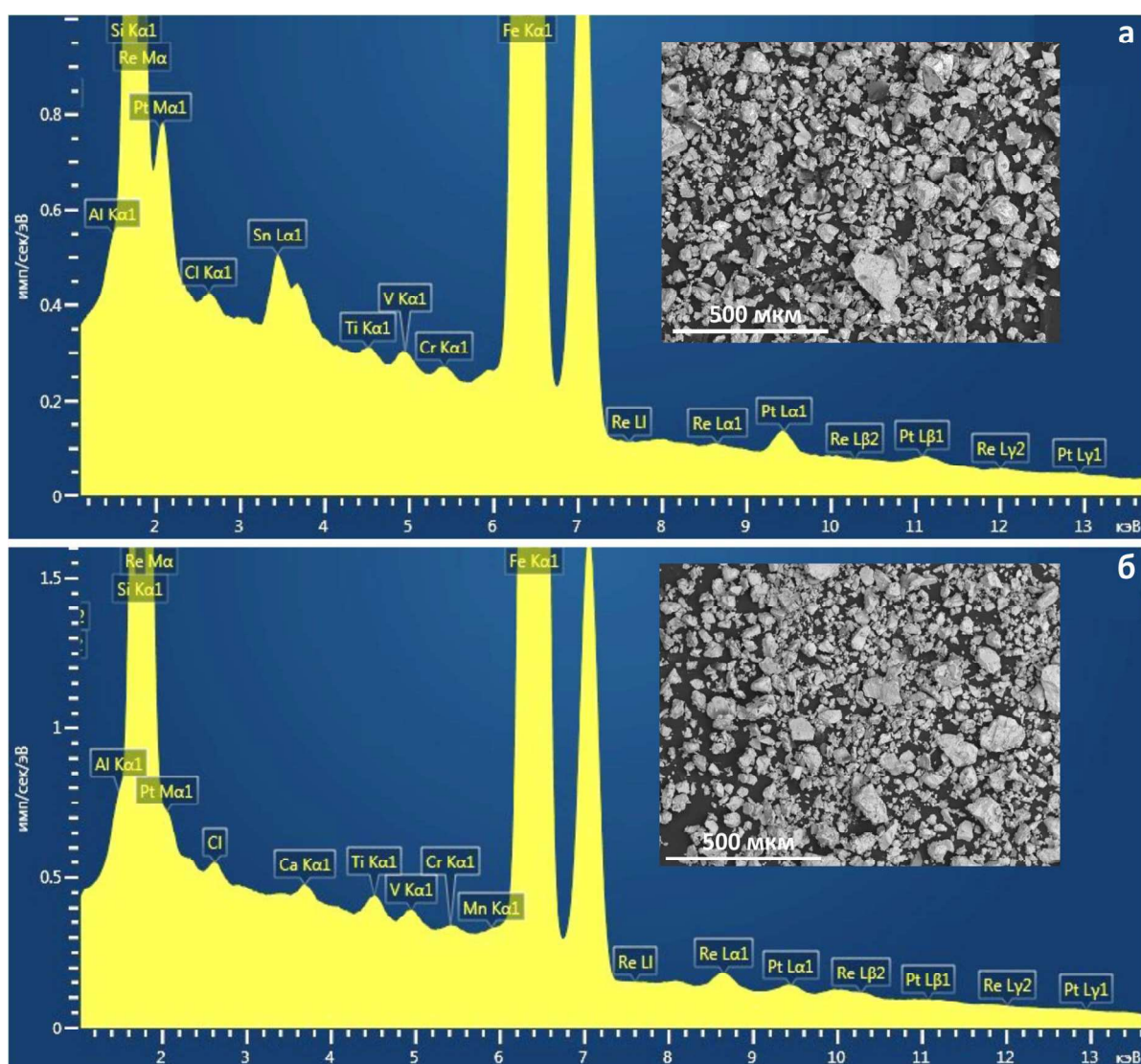


Рис. 1. РЭ-спектры образцов K176 (а) и K177 (б). Сканирование в режиме россыпи частиц на участке площадью порядка 1.5 мм<sup>2</sup>

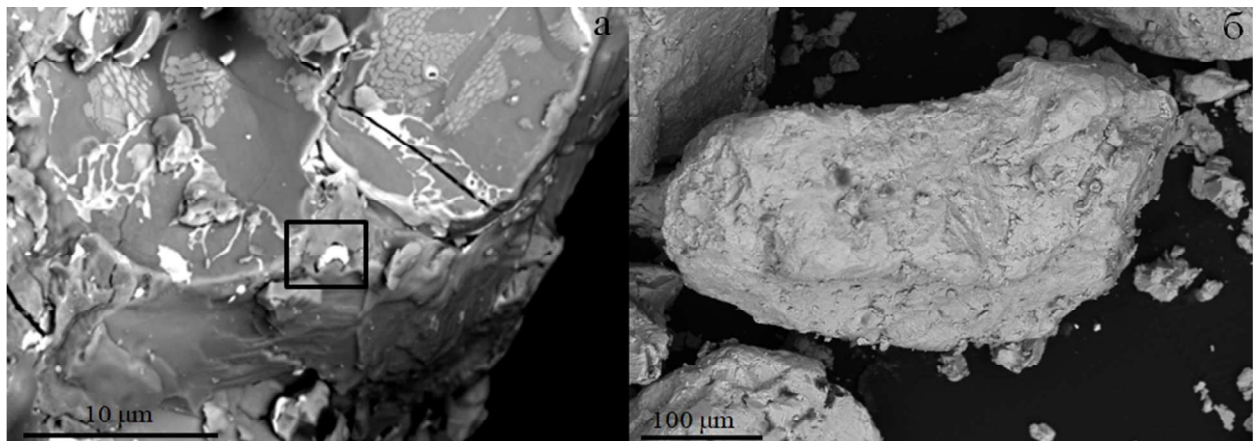


Рис. 2. BSE-изображения частиц платинового концентрата (а, б - образцы K176 и K177). Квадрат - участок образца K176, представленный на рис. 3а

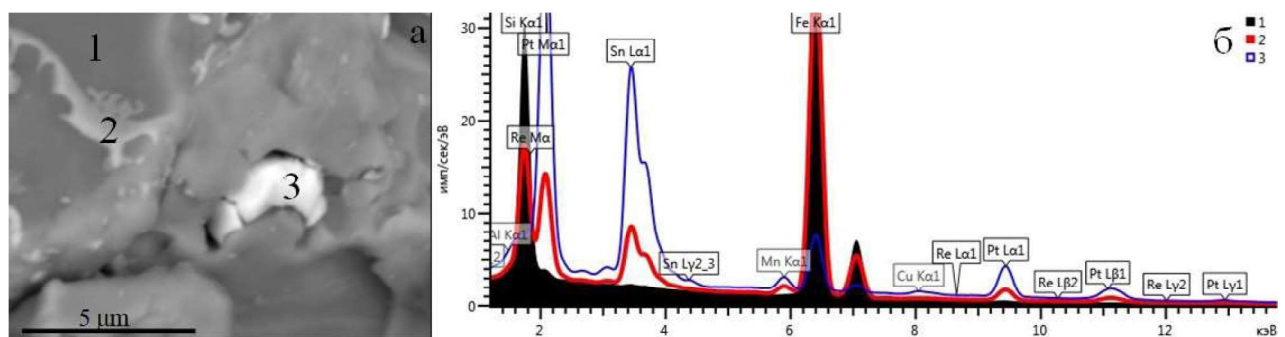


Рис. 3. BSE-изображение участка образца K176 (а) и РЭ-спектры, соответствующие его различным зонам (б). 1 – BSE-темная зона (основная); 2 – светлая (промежуточная); 3 – яркая (вкрапления); режим анализа содержания в отдельных точках проб

оценки эффективности извлечения МПГ актуальна разработка методики микроанализа их содержания в продуктах переработки катализаторов.

**Цель работы** – отработка методики микроанализа содержания МПГ в платиновом концентрате с использованием сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) и энергодисперсионного спектрометра (ЭДС); апробация методики для исследования химического состава и морфологических характеристик ряда проб концентрата.

**Оборудование и методика.** Регистрация BSE- и SE-изображений, определение химического состава проб (их отдельных фрагментов) проведена на СЭМ JEOL JSM-6390LV с ЭДС-приставкой Oxford INCA X-Max80 (рабочее расстояние 10 мм; ускоряющее напряжение 30 кВ, длительность накопления сигнала 60 с). Образцы фиксировались на токопроводящем скотче без нанесения токопроводящих покрытий. Анализ РЭ-спектров выполнен в программе Aztec v.3.1 и включал их моделирование интегральной фоновой линией [Анализ..., 1987] и характеристическими пиками, имеющих форму Фойгта. Полуколичественный анализ проведен с оптимизацией по

кобальтовому эталону и применением нормализации результатов на 100 %. При калибровке использовались как минеральные эталоны (гематит и диопсид при анализе содержания Fe и Si, соответственно), так и эталоны в виде чистых металлов (Sn, Pt и Re). Определение содержания основных элементов (Fe, Si, Sn, Pt, Re) проводилось по следующим аналитическим РЭ-линиям:  $FeK_{\alpha 1}$ ,  $SiK_{\alpha 1}$ ,  $SnL_{\alpha 1}$ ,  $PtL_{\alpha 1}$  и  $ReL_{\alpha 1}$ ; две последние линии МПГ «свободны» от наложения РЭ-линий Al, Cr, Ti, V, Ca, Cl, типичных для проб примесных элементов (рис. 1); их содержание было определено по соответствующим характеристическим РЭ-линиям –  $AlK_{\alpha 1}$ ,  $CrK_{\alpha 1}$ ,  $TiK_{\alpha 1}$ ,  $VK_{\alpha 1}$ ,  $CaK_{\alpha 1}$ ,  $ClK_{\alpha 1}$ . Качественный (полуколичественный) анализ химического состава проб выполнялся как в режиме сканирования россыпи частиц на участке площадью порядка 1.5 мм<sup>2</sup> с общим количеством частиц порядка 300-400 штук, так и в режиме анализа содержания в отдельных точках проб. При анализе основных элементов Fe, Si, Pt и Re относительное стандартное отклонение  $\Delta$  составляло для них 1.28, 4.97, 4.28 и 4.88 %, соответственно; установлено, что в пределах этих погрешностей данные микроанализа проб, по-

Таблица. Химический состав различных зон образца K176

№	Характеристика зоны по BSE-данным	Содержание*, масс.%			
		Fe	Si	Sn	Pt
1	Темная (основная)	80.2-85.7	12.5-17.6	<1	0.7-1.3
2	Светлая (промежуточная)	60.0-85.7	3.0-9.2	1.1-13.7	6.9-16.0
3	Яркая (вкрапления)	8.5-16.0	<1	39.9-49.46	38.6-39.3

Примечание. \*вариации содержания приведены для данных, полученных при анализе в трех различных точках каждой из зон.

лученные с использованием СЭМ с ЭДС, совпадают с таковыми, полученными в лаборатории завода АО «ЕЗОЦМ» как для Fe и Si (данные полуколичественного рентгенофлуоресцентного анализа), так и для Re и Pt (данные масс-спектрометрического анализа с индуктивно-связанной плазмой).

**Образцы.** Исследованы пробы K176-177, представляющие собой порошковые платиновые концентраты, полученные при различных параметрах плавки на железный коллектор отработанных промышленных катализаторов и при различном составе шихты, содержащей известь, кварцевый песок, магнетит и кокс.

**Результаты.** Поверхность частиц образца K176 имеет сложное строение; на его BSE-изображениях помимо основной, проявляются два типа более «ярких» фаз (рис. 2а); поверхность образца K177 более окатанная с проявленными гранями, ярких зон не фиксируется (рис.2б); размер частиц обеих проб от 50 до 300 мкм. Основные элементы в образце K176 – Fe=81.7, Si=12.1, Pt=2.4, Sn=1.3 мас.%. (примесные – Al, Cr, Ti, V, Cl); в образце K177 – Fe=77.7, Si=16.2, Pt=1.5, Re=2.3 мас.%. (примесные – Al, Ti, V, Ca, Cl). На BSE-изображениях образца K176 (рис. 2, 3) явно выделяется три различные по «яркости» (значению среднего атомного номера) зоны – темная (основная), светлая (промежуточная) и яркая (отдельные вкра-

пления). Установлено, что их химический состав достаточно значимо различен (табл.): в основной фазе представлены Fe и Si, тогда как главные компоненты яркой фазы – Pt и Sn, а промежуточной – Fe и Pt. На основании полученных данных, и следуя [Баннх, 1986], можно заключить, что порошковые платиновые концентраты K176-177 представлены силицидом железа (FeSi), а металлы платиновой группы локализованы на границе фаз и в отдельных вкраплениях пробы K176, либо распределены по объему частиц в пробе K177.

*Работа выполнена в ЦКП «Геоаналитик» в рамках темы № 0316-2019-0004 государственного задания ИГГ УрО РАН.*

## ЛИТЕРАТУРА

1. Анализ поверхности методами Оже- и рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии. Под редакцией Бриггса Д., Сиха М. М.: Мир, 1987. 598 с.
2. Баннх О. А. Диаграммы состояния двойных и многокомпонентных систем на основе железа. 1986. 440 с.
3. Масленицкий И.Н. Металлургия благородных металлов. Металлургия, 1987. 432 с.